

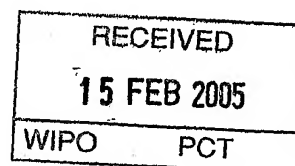
PCT/EP200 5 / 0 0 1 2 2 9
BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**



Aktenzeichen:

10 2004 010 756.4

Anmeldetag:

05. März 2004

Anmelder/Inhaber:

Degussa AG,
40474 Düsseldorf/DE

Bezeichnung:

Silanisierte Kieselsäuren

IPC:

C 01 B 33/18

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 18. November 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Stanschus

* 03.11.04



Silanisierte Kieselsäuren

Die Erfindung betrifft silanisierte, strukturmodifizierte Kieselsäuren, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung.

5

Gegenstand der Erfindung sind silanisierte, strukturmodifizierte Kieselsäuren, gekennzeichnet durch auf der Oberfläche fixierte Vinylgruppen, wobei zusätzlich hydrophobe Gruppen, wie Trimethylsilyl und/oder Dimethylsilyl und/oder Monomethylsilyl auf der Oberfläche fixiert sind; mit folgenden physikalisch-chemischen Eigenschaften:

	BET-Oberfläche m ² /g:	25 - 400
15	Mittlere Größe der Primärteilchen nm:	5 - 50
	pH-Wert:	3-10
	Kohlenstoffgehalt %:	0,1-10
	DBP-Zahl %:	< 200 bzw. nicht bestimmbar

20

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der silanisierten, strukturmodifizierten Kieselsäure, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man Kieselsäure mit einem Oberflächenmodifizierungsmittel behandelt, das erhaltene Gemisch gemäß thermisch behandelt und anschließend strukturmodifiziert.

Eine alternative Methode ist ein Verfahren zur Herstellung von erfindungsgemäßen silanisierten, strukturmodifizierten Kieselsäuren, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man

30

* 03.11.84 *

die Kieselensäuren zunächst mit Wasser und anschließend mit dem Oberflächenmodifizierungsmittel besprüht, gegebenenfalls nachmischt, anschließend thermisch behandelt und anschließend strukturmodifiziert.

- 5 Das eingesetzte Wasser kann mit einer Säure, zum Beispiel Salzsäure, bis zu einem pH-Wert von 7 bis 1 angesäuert sein. Falls mehrere Oberflächenmodifizierungsmittel eingesetzt werden, können diese gemeinsam, aber getrennt, nacheinander oder als Gemisch aufgebracht werden. Die oder
10 das Oberflächenmodifizierungsmittel können in geeigneten Lösungsmitteln gelöst sein. Nachdem das Sprühen beendet ist, kann noch 5 bis 30 min nachgemischt werden.

- Das Gemisch wird anschließend bei einer Temperatur von 20 bis 400 °C über einen Zeitraum von 0,1 bis 6 h thermisch
15 behandelt. Die thermische Behandlung kann unter Schutzgas, wie zum Beispiel Stickstoff, erfolgen.

- Eine weitere Alternative ist ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen silanisierten, strukturmodifizierten Kieselensäure, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man
20 die Kieselensäure mit dem Oberflächenmodifizierungsmittel in Dampfform behandelt, das erhaltene Gemisch thermisch behandelt und anschließend strukturmodifiziert.

- Die alternative Methode der Oberflächenmodifizierung der
25 Kieselensäuren kann man durchführen, indem man die Kieselensäuren mit dem Oberflächenmodifizierungsmittel in Dampfform behandelt und das Gemisch anschließend bei einer Temperatur von 50 bis 800 °C über einen Zeitraum von 0,1 bis 6 h thermisch behandelt. Die thermische Behandlung kann
30 unter Schutzgas, wie zum Beispiel Stickstoff, erfolgen.

Die Temperaturbehandlung kann auch mehrstufig bei unterschiedlichen Temperaturen erfolgen.

+ 03.11.04

Die Aufbringung des oder der Oberflächenmodifizierungsmittel kann mit Einstoff-, Zweistoff-, oder Ultraschalldüsen erfolgen.

- 5 Die Oberflächenmodifizierung kann man in beheizbaren Mischern und Trocknern mit Sprüheinrichtungen kontinuierlich oder ansatzweise durchführen. Geeignete Vorrichtungen können zum Beispiel Pflugscharmischer, Teller-, Wirbelschicht- oder Fließbettrockner sein.

- 10 Die Strukturmodifizierung der so hergestellten Kieselsäuren kann anschließend durch mechanische Einwirkung erfolgen. Nach der Strukturmodifizierung kann eventuell eine Nachvermahlung angeschlossen werden. Gegebenenfalls kann nach der Strukturmodifizierung und/oder Nachvermahlung eine weitere Temperung erfolgen.

- 15 Die Strukturmodifizierung kann zum Beispiel mit einer Kugelmühle oder einer kontinuierlich arbeitenden Kugelmühle erfolgen.

- 20 Die Nachvermahlung kann zum Beispiel mittels einer Luftstrahlmühle, Zahnscheibenmühle oder Stiftmühle erfolgen.

- 25 Die Temperung beziehungsweise thermische Behandlung kann batchweise zum Beispiel in einem Trockenschrank oder kontinuierlich zum Beispiel in einem Fließ- oder Wirbelbett erfolgen. Die Temperung kann unter Schutzgas, zum Beispiel Stickstoff erfolgen.

- 30 Als Kieselsäure kann eine pyrogen hergestellte Kieselsäure bevorzugt eine pyrogen auf dem Wege der Flammenhydrolyse von SiCl_4 hergestellte Kieselsäure eingesetzt werden. Derartige pyrogene Kieselsäuren sind bekannt aus Ullmann's Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 21, Seite 464 (1982).

030243 FH

+ 05.11.04

Als Kieselsäuren können beispielsweise eingesetzt werden:

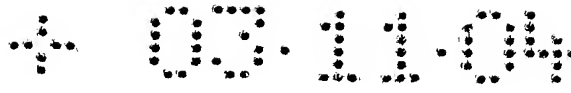


Tabelle 1

[illegible]

TiO ₂ 8)	%	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03
HCl 8)10)	%	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025	< 0,025
Siebrückstand 6) (nach Mocker, 45 µm)%		< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,2

- 1) in Anlehnung an DIN 66131
- 2) in Anlehnung an DIN ISO 787/XI, JIS K 5101/18 (nicht gesiebt)
- 3) in Anlehnung an DIN ISO 787/II, ASTM D 280, JIS K 5101/21
- 4) in Anlehnung an DIN 55921, ASTM D 1208, JIS K 5101/23
- 5) in Anlehnung an DIN ISO 787/IX, ASTM D 1208, JIS K 5101/24
- 6) in Anlehnung an DIN ISO 787/XVIII, JIS K 5101/20
- 7) bezogen auf die 2 Stunden bei 105 °C getrocknete Substanz
- 8) bezogen auf die 2 Stunden bei 1.000 °C gegläute Substanz
- 9) spezielle vor Feuchtigkeit schützende Verpackung
- 10) HCl-Gehalt in Bestandteil des Glühverlustes

* 0 0 0 0 0
 0 0 0 0 0
 0 0 0 0 0
 0 0 0 0 0
 0 0 0 0 0

* 03.11.04

Als Oberflächenmodifizierungsmittel können alle Verbindungen eingesetzt werden, die zur Fixierung von Vinyl- beziehungsweise Vinylsilyl- und Trimethylsilyl- und/oder Dimethylsilyl- und/oder Monomethylsilylgruppen auf der

5 Kieselsäureoberfläche geeignet sind. Insbesondere können die Vinylsilyl- und Methylsilylgruppen über eine Verbindung wie beispielsweise 1,3-Divinyl-1,1,3,3-Tetramethyldisilazan oder Dimethyl-vinyl-silanol oder mehreren Verbindungen wie beispielsweise Vinyltriethoxysilan und Hexamethyldisilazan

10 beziehungsweise Trimethylsilanol auf die Kieselsäure aufgebracht werden.

Die erfindungsgemäße silanisierte, strukturmodifizierte Kieselsäure kann als Füllstoff in Silikonkautschuk eingesetzt werden.

15 Wird dieses niedrigstrukturierte pyrogene Siliziumdioxid in Silikonkautschuk eingearbeitet, ergeben sich völlig neuartige Eigenschaften des Silikonkautschuks.

Auf Grund der Strukturmodifizierung wird die Morphologie des pyrogenen Siliziumdioxides verändert, so daß ein niedrigerer

20 Verwachsungsgrad und damit eine niedrigere Struktur resultiert.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung kann der Silikonkautschuk ein LSR (Flüssig)-Silikonkautschuk sein.

Für Elastomeranwendungen finden Polydimethylsiloxane mit Molekulargewichten zwischen 400 000 und 600 000 Einsatz, die

25 unter Zusatz von Reglern wie Hexamethyl- oder Divinyltetramethyldisiloxan hergestellt werden und entsprechende Endgruppen tragen. Zur Verbesserung des Vulkanisationsverhaltens und auch der Weiterreißfestigkeit werden oft durch Zusatz von Vinylmethyldichlorsilan zum Reaktionsgemisch geringe Mengen

30 (<1%) Vinylgruppen in die Hauptkette als Substituenten eingebaut (VMQ).

Flüssig-Silikonkautschuk (LSR) entspricht im molekularen Aufbau praktisch dem HTV, liegt jedoch in der mittleren

* 03.11.04

5 Molekülkettenlänge um den Faktor 6 und damit der Viskosität um den Faktor 1000 niedriger (20-40Pas). Dem Verarbeiter werden zwei Komponenten (A und B) in gleichen Mengen zur Verfügung gestellt, die bereits die Füllstoffe, Vulkanisationsmittel und gegebenenfalls sonstige Zusatzstoffe enthalten.

Bei den Füllstoffen ist zwischen verstärkenden und nicht verstärkenden Füllstoffen zu unterscheiden.

10 Nichtverstärkende Füllstoffe sind durch äußerst schwache Wechselwirkungen mit dem Siliconpolymer gekennzeichnet. Zu ihnen zählen Kreide, Quarzmehl, Diatomeenerde, Glimmer, Kaolin, $\text{Al}(\text{OH})_3$ und Fe_2O_3 . Die Partikel-Durchmesser liegen in der Größenordnung von 0,1 μm . Ihre Aufgaben bestehen darin, die Viskosität der Compounds im unvulkanisierten Zustand anzuheben und die Shore-Härte und den E-Modul der vulkanisierten

15 Kautschuke zu erhöhen. Bei oberflächenbehandelten Füllstoffen können auch Verbesserungen in der Reißfestigkeit erzielt werden.

Verstärkende Füllstoffe sind vor allem hochdisperse Kieselsäuren mit einer Oberfläche von $>125 \text{ m}^2/\text{g}$. Die verstärkende Wirkung ist auf Bindung zwischen Füllstoff und Siliconpolymer

20 zurückzuführen. Solche Bindungen werden zwischen den Silanolgruppen an der Oberfläche der Kieselsäuren (3-4,5 SiOH -Gruppen/ nm^2) und den Silanolgruppen der α - ω Dihydroxypolydimethylsiloxane über Wasserstoffbrückenbindungen zum Sauerstoff der Siloxankette gebildet. Die Folge dieser

25 Füllstoff-Polymer-Wechselwirkungen sind Viskositätserhöhungen und Änderungen der Glasübergangstemperatur und des Kristallisationsverhaltens. Andererseits bewirken Polymer-Füllstoff-Bindungen eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften, können aber auch eine vorzeitige Verstrammung

30 (crepe hardening) der Kautschuke zur Folge haben.

Eine Mittelstellung zwischen verstärkenden und nicht verstärkenden Füllstoffen nimmt Talkum ein. Außerdem werden Füllstoffe für besondere Effekte genutzt. Dazu zählen

* 03.11.04

Eisenoxid, Titandioxid, Zirkonoxid oder Bariumzirkonat zur Erhöhung der Wärmestabilität.

An weiteren Bestandteilen können Siliconkautschuke Katalysatoren, Vernetzungsmittel, Farbpigmente, Antiklebmittel, Weichmacher und Haftvermittler enthalten.

Weichmacher werden besonders benötigt, um einen niedrigen E-Modul einzustellen. Interne Haftvermittler basieren auf funktionellen Silanen, die einerseits mit dem Untergrund und andererseits mit dem vernetzenden Siliconpolymer in Wechselwirkung treten können (Verwendung hauptsächlich bei RTV-1 Kautschuken).

Einer vorzeitigen Verstrammung wirken niedermolekulare oder monomere silanolreiche Verbindungen entgegen (z.B. Diphenylsilandiol, H_2O). Sie kommen einer zu starken Wechselwirkung der Siliconpolymere mit den Silanolgruppen des Füllstoffs zuvor, indem sie schneller mit dem Füllstoff reagieren. Ein entsprechender Effekt kann auch durch teilweise Belegung des Füllstoffs mit Trimethylsilylgruppen erzielt werden (Füllstoffbehandlung mit Methylsilanen).

Ferner ist es möglich, das Siloxanpolymer chemisch zu modifizieren (Phenylpolymere, borhaltige Polymere) oder mit organischen Polymeren zu verschneiden (Butadien-Styrol-Copolymerisate).

Die niedrige Viskosität des Ausgangspolymeren erfordert zur homogenen Verteilung besonders intensive Ein- und Durcharbeitung in speziell entwickelten Mischaggregaten. Zur Erleichterung der Füllstoffaufnahme und zum Vermeiden eines „crepe hardening“ wird die Kieselsäure - zumeist in situ während des Mischvorganges und mittels Hexamethyldisilazan (HMDS, auch HMDZ) - vollständig hydrophobiert.

Die Vulkanisation von LSR-Mischungen erfolgt durch Hydrosilylierung, d.h. durch Addition von Methylhydrogensiloxanen (mit mindestens 3 SiH-Gruppen im

* 03.11.04

Molekül) an die Vinylgruppe des Polymeren unter Katalyse durch ppm-Mengen von Pt(O)-Komplexen, wobei sich bei der Anlieferung Vernetzer und Katalysator in den getrennten Komponenten befinden. Spezielle Inhibitoren, zum Beispiel 1-Etynyl-1-

5 cyclohexanol, verhindern nach dem Vermischen der Komponenten eine vorzeitige Anvulkanisation und stellen bei Raumtemperatur eine Tropfzeit von ca. 3 Tagen ein. Über die Platin- und Inhibitorkonzentration lassen sich die Verhältnisse in erheblicher Bandbreite regeln.

- 10 Zur Herstellung von elektrisch leitfähigen Silicongummierzeugnissen bieten sich zunehmend LSR-Mischungen an, weil die Additionsvernetzung im Gegensatz zur HTV-üblichen Peroxidvulkanisation nicht durch Furnaceruße gestört wird (in HTV-Mischungen wird bevorzugt mit Acetylenruß gearbeitet).
- 15 Leitfähige Furnace-Ruße lassen sich auch leichter einmischen und verteilen als Graphit oder Metallpulver, wobei Silber bevorzugt wird.

Der erfindungsgemäße Silikonkautschuk weist die folgenden Vorteile auf:

- 20 Untersuchungen in LSR (Flüssigsilikonkautschuk) zeigen, daß die strukturmodifizierten hydrophoben Oxide gemäß den erfindungsgemäßen Beispielen 1 bis 3 im Vergleich zu dem hydrophoben Edukt (pyrogenen Kieselsäure) deutlich niedrigere Viskositäten im Flüssigsilikon aufweisen.
- 25 Die erfindungsgemäßen Kieselsäuren weisen keine Fließgrenzen auf, was besonders vorteilhaft ist, da bei der Verarbeitung von Flüssigsilikonkautschuk ein sehr gutes Fließverhalten erwünscht ist.

- 30 Außerdem zeigt das Beispiel 3 zusätzlich den Vorteil, daß mit den strukturmodifizierten und mit Vinylsilan behandelten Kieselsäuren ein deutlich höherer Weitereißwiderstand erreicht werden kann.

* 03.11.04

Mit den strukturmodifizierten Oxiden können gemäß Erfindung Materialien eingesetzt werden, die aufgrund ihrer niedrigen Struktur bereits äußerst niedrige Viskositäten und keine Fließgrenzen aufweisen und somit bei der Herstellung nicht hohen Scherkräften ausgesetzt werden müssen. Vorteilhaft für den Anwender ist die Einsparung von Energie-, Zeit- und Materialkosten, wobei außerdem mechanisch anspruchsvolle Vulkanisate hergestellt werden können.

10 **Beispiele:**

Pyrogene Kieselsäure wird in einem Mischer vorgelegt und zunächst mit Wasser und anschließend mit dem Oberflächenmodifizierungsmittel oder dem Gemisch von Oberflächen-modifizierungsmitteln besprüht. Danach wird das Reaktionsgemisch einer ein- oder mehr-stufigen Temperaturbehandlung unterzogen. Das getemperte Material wird mit einer Kugelmühle strukturmodifiziert, falls erforderlich erfolgt eine Nachvermahlung mit einer Zahnscheibenmühle. Gegebenenfalls wird das strukturmodifizierte oder strukturmodifizierte und nachvermahlene Material einer weiteren Temperaturbehandlung unterzogen.

Tabelle 2: Übersicht über die Herstellung der erfindungsgemäßen Kieselsäuren (Beispiele)

Bezeichnung	Eingesetzte Kieselsäure	Wassermenge (Teile/100 Teile Kieselsäure)	OM*) (Teile/100 Teile Kieselsäure)	Temperaturbehandlung-1. Stufe Temp. [°C]/ Dauer [h]	Temperaturbehandlung-2. Stufe Temp. [°C]/ Dauer [h]	Nachvermahlung**)	Temperaturbehandlung ***) Temp. [°C]/ Dauer [h]
KS 1	AEROSIL® 200	5	A/5 D/5	140/2	-	nein	nein
KS 2	AEROSIL® 300	5	B/15 C/1,8	20/2	140/2	Ja	ja
KS 3	AEROSIL® 300	5	A/8,5 B/20	50/5	140/1	ja	120/2
KS 4	AEROSIL® 300	5	A/16 B/12	20/6	120/5	ja	120/3
KS 5	AEROSIL® 150	5	C/20	130/2	-	ja	120/2
KS 6	AEROSIL® 130	2	C/5 D/5	150/3	-	nein	nein
KS 7	AEROSIL® 300	5	A/8,5 B/20	50/5	140/1	nein	nein
KS 8	AEROSIL® 200	5	B/10 C/5	20/20	140/3	ja	nein
KS 9	AEROSIL® 300	5	C/16	20/2	140/2	ja	nein
KS 10	AEROSIL® 200	2	A/10 B/5	20/2	140/24	ja	120/2
KS 11	AEROSIL® 300	5	A/8,5 B/20	50/5	140/1	ja	nein

* 03.11.04

*) OM=Oberflächenmodifizierungsmittel:

A= Vinyltriethoxysilan

B= Hexamethyldisilazan

C= 1,3-Divinyl-1,1,3,3-Tetramethyldisilazan

D= Methyltrimethoxysilan

Bei Verwendung von mehreren OM wurden Gemische eingesetzt.

**) Nachvermahlung=Vermahlung nach Strukturmodifizierung

**) Temperaturbehandlung=Temperaturbehandlung nach Nachvermahlung

2 kg AEROSIL® werden in einem Mischer vorgelegt und unter Mischen zunächst mit 0,1 kg Wasser und anschließend mit einem Gemisch aus 0,4 kg Hexamethyldisilazan und 0,17 kg Vinyltriethoxysilan besprüht. Nach beendetem Sprühen wird noch 15 Minuten nachgemischt und das Reaktionsgemisch zunächst 5 Stunden bei 50°C und anschließend 1 Stunde bei 140 °C getempert.

Tabelle 3: Physikalisch-chemische Daten der erfindungsgemäßen Kieselensäuren (Beispiele) und der Vergleichskieselensäure

Bezeichnung	Stampf dichte [g/l]	Trocknungs verlust [%]	Glüh- verlust [%]	pH-Wert	C-Gehalt [%]	DBP- Adsorptio n [%]	Spezifische Oberfläche nach BET [m ² /g]
Vergleichskie selsäure	48	0,9	4,1	9,0	4,0	n.b.	197
KS 1	236	1,2	1,6	4,4	1,1	9,7	136
KS 2	147	0,7	3,8	6,2	3,8	n.b.	201
KS 3	120	0,4	3,6	7,5	4,0	n.b.	191
KS 4	132	0,5	3,0	5,2	3,5	128	189
KS 5	138	0,2	2,8	5,5	2,8	n.b.	103
KS 6	249	0,8	1,1	6,3	1,5	91	79
KS 7	266	1,1	3,4	8,5	4,0	121	204
KS 8	161	0,9	2,7	6,1	4,3	91	117
KS 9	132	1,0	4,0	6,7	4,9	n.b.	205
KS 10	149	0,6	2,8	5,1	2,8	n.b.	155
KS 11	163	0,8	3,5	8,5	4,0	n.b.	197

* 03.11.04

Prüfung der strukturmodifizierten pyrogenen Kieselsäuren in Silikonkautschuk

Die Produkte aus Tabelle 2 werden in einer LSR Silicon-Formulierung geprüft. Als Vergleichsmaterial dienen die
5 hydrophoben Edukte, die für die Strukturmodifizierung eingesetzt worden sind.

LSR-Silikonkautschuk

Im Planetendissolver werden 20 % Kieselsäure bei langsamer
Drehzahl ($50/500 \text{ min}^{-1}$ Planetenmischer /Dissolverscheibe) in
10 Organopolysiloxan (Silopren U 10 GEBayer)eingearbeitet.

Sobald die Kieselsäure vollständig benetzt ist, wird ein
Vakuum von ca. 200 mbar angelegt und 30 Minuten bei 100 Umin^{-1}
des Planetenrührwerks und 2000 Umin^{-1} des Dissolvers dispergiert
(Kühlung mit Leitungswasser). Nach der Abkühlung kann die
15 Vernetzung der Basismischung erfolgen.

In einem Edelstahl-Becher werden 340 g der Basismischung
eingewogen. In die Mischung werden nacheinander 6,00 g Inhibitor
(2 % reines ECH in Siliconpolymer U 1) und 0,67 g
Platinkatalysatorlösung und 4,19 g Silopren U 730 eingewogen und
20 bei einer Geschwindigkeit von $n=500 \text{ Umin}^{-1}$ homogenisiert und
entlüftet.

Vulkanisation der Formulierungen

Zur Vulkanisation der 2 mm-Vulkanisate werden 4 * 50 g oder
2*100 g der Mischung benötigt. In der Presse werden die Platten
25 dann 10 Minuten bei einem Druck von 100 bar und einer Temperatur
von 120°C gepreßt. Zur Vulkanisation der 6 mm-Vulkanisate werden
120 g der Mischung benötigt. In der Presse werden die Platten 12
Minuten bei einem Druck von 100 bar und einer Temperatur von
 120°C gepreßt. Anschließend werden die Vulkanisate im Ofen 4
30 Stunden bei 200°C nachvulkanisiert.

Die strukturmodifizierten Produkte (Beispiel 1-3) zeigen
deutlich niedrigere rheologische Eigenschaften (Tabelle 3) im

* 03.11.04

Vergleich zu dem hydrophoben Edukt. Die Viskosität nimmt um bis zu 60% des ursprünglichen Wertes des Eduktes ab.

Tabelle 4

5 Rheologische Eigenschaften mit 20 % Kieselsäure

Kieselsäure	Fließgrenze [Pa]	Viskosität [Pas] $D = 10 \text{ s}^{-1}$
Beispiel 1	0	54
Beispiel 2	0	55
Beispiel 3	0	51
Edukt	0	153

Tabelle 5

Mechanische Eigenschaften mit 20 % Kieselsäure

Kiesel-säure	Zugfestig- keit [N/mm ²]	Bruch-dehnung [%]	Weitereiß- widerstand [N/mm]	Härte [Shore A]
Beispiel 1	4,0	300	3,2	41
Beispiel 2	4,1	290	3,4	41
Beispiel 3	5,5	350	23,7	41
Edukt	5,0	300	4,0	45

* 001104

Anhand von Beispiel 3 in Tabelle 5 kann man erkennen, daß durch die Strukturmodifizierung des vinylmodifizierten pyrogenen Oxids mit anschließender Nachvermahlung ein sehr hoher Weiterreißwiderstand des Siliconvulkanisats erzielt werden kann, wobei die rheologischen Eigenschaften der Compounds auf sehr niedrigem Niveau liegen.

+ 03.11.04

Patentansprüche

1. Silanisierte, strukturmodifizierte Kieselsäuren, gekennzeichnet durch auf der Oberfläche fixierte Vinylgruppen, wobei zusätzlich hydrophobe Gruppen, wie Trimethylsilyl und/oder Dimethylsilyl und/oder Monomethylsilyl auf der Oberfläche fixiert sind, mit folgenden physikalisch-chemischen Eigenschaften:
- | | |
|--|-----------------------------|
| BET-Oberfläche m^2/g : | 25 - 400 |
| Mittlere Größe der Primärteilchen nm: | 5 - 50 |
| pH-Wert: | 3-10 |
| Kohlenstoffgehalt %: | 0,1-10 |
| DBP-Zahl %: | < 200 bzw. nicht bestimmbar |
2. Verfahren zur Herstellung der silanisierten, strukturmodifizierten Kieselsäuren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Kieselsäuren mit einem Oberflächenmodifizierungsmittel behandelt, das erhaltene Gemisch thermisch behandelt und anschließend strukturmodifiziert.
3. Verfahren zur Herstellung der silanisierten, strukturmodifizierten Kieselsäuren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Kieselsäuren zunächst mit Wasser und anschließend mit dem Oberflächenmodifizierungsmittel besprüht, gegebenenfalls nachmischt, anschließend thermisch behandelt und anschließend strukturmodifiziert.
4. Verfahren zur Herstellung der silanisierten, strukturmodifizierten Kieselsäure gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass man die Kieselsäure mit dem Oberflächenmodifizierungsmittel in Dampfform behandelt,

→ 001104
19

das Gemisch thermisch behandelt und anschließend
strukturmodifiziert.

5. Verwendung der silanisierten, strukturmodifizierten
Kieselsäure gemäß Anspruch 1 als Füllstoff in
5 Silikonkautschuk.

* 03.11.04 *

Zusammenfassung

Silanisierte Kieselsäuren

5 Silanisierte, strukturmodifizierte Kieselsäuren, gekennzeichnet durch auf der Oberfläche fixierte Vinylgruppen, wobei zusätzlich hydrophobe Gruppen, wie Trimethylsilyl und/oder Dimethylsilyl und/oder Monomethylsilyl auf der Oberfläche fixiert sind mit folgenden physikalisch-chemischen Eigenschaften:

10	BET-Oberfläche m ² /g:	25 - 400
	Mittlere Größe der Primärteilchen nm:	5 - 50
	pH-Wert:	3-10
15	Kohlenstoffgehalt %:	0,1-10
	DBP-Zahl %:	< 200 bzw. nicht bestimmbar

20 wird hergestellt, indem man Kieselsäure mit einem Oberflächenmodifizierungsmittel behandelt, das erhaltene Gemisch thermisch behandelt und anschließend strukturmodifiziert.

Die Kieselsäure kann als Füllstoff in Silikonkautschuk eingesetzt werden.